

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑤ Int.Cl.⁵

C 23 C 14/02
C 23 F 4/00
H 01 L 21/302
21/304

識別記号

3 4 1

庁内整理番号

A 9046-4K
B 7179-4K
D 8122-4M
8831-4M

④ 公開 平成3年(1991)12月16日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全7頁)

④ 発明の名称 スパッタクリーニング法

② 特 願 平2-86977

② 出 願 平2(1990)3月30日

⑦ 発 明 者 齊 藤 一 也 茨城県つくば市東光台5丁目9番地7 日本真空技術株式
会社筑波超材料研究所内

⑦ 発 明 者 小 島 仁 茨城県つくば市東光台5丁目9番地7 日本真空技術株式
会社筑波超材料研究所内

⑦ 出 願 人 日本真空技術株式会社 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

⑦ 代 理 人 弁理士 飯 阪 泰 雄

明 細 書

1 発 明 の 名 称

スパッタクリーニング法

2 特 許 請 求 の 範 囲

(1) 真空蒸着装置内で基板に負のバイアス電圧を印加し、ホローカソード放電による電子ビームによって前記基板に対向して設けた蒸発源から蒸発物質を発生させて前記基板の表面に膜を形成するに先立ち、前記基板に負のバイアス電圧を印加し、ホローカソードに電流を流すと共に前記蒸発物質の蒸発量を前記基板の表面に膜を形成する時よりも少なくして前記基板に入射する粒子中のイオンの割合を高めることによって前記基板の表面をスパッタリングで清浄化することの特徴とするスパッタクリーニング法。

(2) 前記蒸発量を少なくする手段が、前記蒸発源を冷却することによって前記基板の表面に膜を形成する時よりもその温度を下げる方法である請求項(1)に記載のスパッタクリーニング法。

(3) 前記蒸発源を冷却する手段が、前記蒸発源

を収納する水冷ハースに近接して設けられた前記ホローカソードビームの照射位置制御用コイルによって前記ホローカソードビームを曲げて、前記ホローカソードビームが前記蒸発源の前記水冷ハースに近い部分を照射するようにする方法である請求項(2)に記載のスパッタクリーニング法。

(4) 前記照射位置制御用コイルによって曲げられた前記ホローカソードビームの照射位置が前記蒸発源上を移動するようにする方法である請求項(3)に記載のスパッタクリーニング法。

(5) 前記蒸発量を少なくする手段が、前記ホローカソードビームのエネルギーを調整するための各種パラメータを調節することにより、前記蒸発源に照射される熱の発生密度を低くする方法である請求項(1)に記載のスパッタクリーニング法。

3 発 明 の 詳 細 な 説 明

〔産業上の利用分野〕

本発明は真空蒸着膜を形成するに先立って基板

の表面を清浄化するスパッタクリーニング法に関する。

〔従来の技術〕

基板の表面に薄膜を形成する際に、基板の表面に汚れが付いていると形成された薄膜の付着強度が弱くなるので、付着強度を強くするために種種の手段で基板表面を清浄化する前処理を行っている。その中でも、薄膜形成を行う蒸着装置内において電子やイオンを基板表面に照射（ボンバード）することによって清浄化するスパッタクリーニング法は有効である。

ホローカソード放電を使った真空蒸着を含め一般的な真空蒸発装置内において、基板に薄膜を形成する前にその表面を清浄化する従来の一方法としては、基板加熱や、第6図に示すようなアルゴンガス(Ar)を主とする不活性ガスの放電を利用したスパッタクリーニング法がある。第6図においてはスパッタクリーニングの操作に要する部分のみを模式的に示すが、真空槽(3)内は、排気弁(5)から排気され、ガス導入管(4)からアルゴン

れている。真空槽(3)内を 1×10^{-4} Torr以下の高真空に排気し、電源(7)によってアーク蒸発源(6)から多くのイオンを含む蒸発物質が蒸発される。発生したイオンは、基板(1)に印加された負の電圧のために加速されて基板(1)表面に衝突し、スパッタすることによって基板(1)表面をクリーニングする。

このスパッタクリーニングが終了した後に、例えばホローカソード放電によって 2×10^{-4} Torr \sim 5×10^{-3} Torrの圧力下で同一の蒸発源(6)から蒸発物質を発生させて基板(1)の表面に薄膜を形成する。

この方法によると、スパッタクリーニングの際に蒸発物質が基板(1)の表面にわずかに残るために、その後に形成される薄膜の密着性が良くなる。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかし、このような従来方法においては、Arイオンによるスパッタクリーニングはアルゴン圧力が 0.01 Torr \sim 0.1 Torr 程度の雰囲気下で行われ、

ガスが導入されて減圧アルゴン雰囲気になっている。真空槽(3)内に設けられた基板(1)には直流電源(2)により負の電圧が印加される。基板(1)に負の電圧が印加されると真空槽(3)内で放電が生じ、この放電中の正イオン(Ar⁺)が負の電位方向に加速され、基板(1)に衝突して基板表面の原子をはね飛ばす(スパッタする)。このクリーニング操作が終了後に、例えばホローカソード放電によって蒸発物質を加熱蒸発させて、基板(1)表面に薄膜を形成する操作を行うと、先のクリーニング作用によって基板(1)表面の汚れや薄い酸化層が除去されているので、後に形成される薄膜との密着性が向上するのである。

又、他の従来方法として、不活性ガスを用いずにアーク蒸発源からのイオンによって基板表面を清浄化するスパッタクリーニング法もある。この処理を行う装置を第7図に模式的に示すが、第6図と同じ部分には同一の符号を付した。

第7図において、真空槽(3)内に設けられた基板(1)は直流電源(2)によって負の電圧を印加さ

その後の基板(1)表面への薄膜形成は 2×10^{-4} Torr \sim 5×10^{-3} Torrの圧力下で行われる。つまり、スパッタクリーニング時の圧力は薄膜形成時の圧力よりも高い。そのため、雰囲気中に一定割合で含まれる不純物ガスの量も必然的に多くなり、スパッタクリーニングをしても基板(1)表面があまり清浄にならないという問題があった。特に使用するアルゴンガスの純度が低かったり、真空槽(3)からの放出ガスやリークが多い場合には基板(1)表面は逆に汚れたり酸化する等の問題があった。

又、上記の従来方法ではスパッタクリーニング時の圧力が薄膜形成時の圧力より高いために、スパッタクリーニングが終了した後に薄膜形成のためにガス流量調節や排気操作などをして圧力をさらに低下させなければならず、さらに、ホローカソード放電を開始する操作も行わなければならない。このためスパッタクリーニング終了から薄膜形成開始までに時間がかかり、その間に一度清浄になった基板(1)表面が再び汚れるという問題が

あった。

また、アーク蒸発源を使用したスパッタクリーニング法では蒸発源(6)から蒸発される蒸発物質の中に微粒子があり、それによって基板(1)の表面に欠陥を生じるといった問題があった。さらに、この方法のスパッタクリーニング時には異常放電を防ぐために、成膜時のホローカソード放電が作動する圧力($2 \times 10^{-4} \text{ Torr} \sim 5 \times 10^{-3} \text{ Torr}$)よりも低い、 $1 \times 10^{-4} \text{ Torr}$ 以下の圧力にしなければならないという問題があった。従って又、スパッタクリーニング終了後に薄膜形成のために圧力を調整したり、あるいは又、ホローカソード放電を開始するための操作をする必要があり、先の従来例と同様、その間に基板(1)の表面が再び汚れるという問題があった。

本発明は以上のような問題に鑑みてなされ、真空槽内で基板表面のスパッタクリーニングと薄膜形成とを連続的に行うことができるスパッタクリーニング法を提供することを目的としている。

は、基板に入射する原子数とスパッタされる原子数のどちらが多いかによる。

基板上への膜析出は蒸発物質の入射密度によって決まり、スパッタリングはイオンの入射密度とイオンのエネルギーによって決まる。不活性ガスのイオンと蒸発物質のイオンの入射密度をそれぞれ I_1, I_2 とし、ある基板印加電圧の時の蒸発物質の膜に対するそれぞれのイオンのスパッタリングイールド(入射イオン1個当たりにスパッタされる原子数)を Y_1, Y_2 とし、蒸発物質の中性粒子の入射密度を N_0 とすると、膜析出量は $I_1 + N_0$ 、スパッタされる量は $I_1 \cdot Y_1 + I_2 \cdot Y_2$ でそれぞれ表わされる。従って膜が析出せずスパッタクリーニングが生じる条件は、上述のように入射する蒸発物質の量よりスパッタされる量が多い場合であるから、

$$I_1 + N_0 < I_1 \cdot Y_1 + I_2 \cdot Y_2 \quad \dots\dots (1)$$

である。ここで入射密度の単位は $\text{atoms/cm}^2 \cdot \text{sec}$ 、又は $\text{ions/cm}^2 \cdot \text{sec}$ 、スパッタリングイールドの単

【課題を解決するための手段】

上記目的は、真空蒸装置内で基板に負のバイアス電圧を印加し、ホローカソード放電による電子ビームによって前記基板に対向して設けた蒸発源から蒸発物質を発生させて前記基板の表面に膜を形成するに先立ち、前記基板に負のバイアス電圧を印加し、ホローカソードに電流を流すと共に前記蒸発物質の蒸発量を前記基板の表面に膜を形成する時よりも少なくして前記基板に入射する粒子中のイオンの割合を高めることによって前記基板の表面をスパッタリングで清浄化することと特徴とするスパッタクリーニング法、によって達成される。

【作 用】

一般に、ホローカソード放電を利用して薄膜形成を行う場合、基板には不活性ガスと蒸発物質のイオンと中性粒子が入射する。基板表面上では膜析出が生じると同時にイオンによるスパッタリングも生じるので、基板表面上で薄膜が形成されるか、あるいはスパッタクリーニングが行われるか

位は atoms/ion である。不活性ガスの中性粒子は析出及びスパッタリングのいずれに対してもほとんど寄与しないと考えられる。

(1) 式の条件を満たして基板上でスパッタクリーニングが生じるためには蒸発物質の中性粒子の数(N_0)を減らし、スパッタリングイールド(Y_1, Y_2)を大きくする必要がある。スパッタリングイールドを大きくするためには基板に印加する負の電圧を大きくすれば良いのであるが、ホローカソード放電の作動条件下では -500V 以上の負のバイアス電圧を印加すると異常放電が多発して基板に損傷を与えるので、 -500V 以上の電圧印加は実用的ではない。即ち、印加電圧によって決まるスパッタリングイールドにも上限があり、一般には $10^{-1} \sim 10 \text{ atoms/ion}$ 程度である。

結局、スパッタクリーニングの条件(1)を満たすためには基板に入射するビーム中の中性粒子の数(N_0)を小さくし、相対的なイオンの数(I_1, I_2)を大きくする必要がある。

本発明によれば、薄膜形成時よりも蒸発量を少

なくすることができ、この時、基板に入射するビーム中のイオンの入射密度は大して変わらないので、基板への入射ビーム中のイオンの割合が高く、中性粒子の割合が低くなり、前記スパッタクリーニングの条件を満たすことができる。

〔実施例〕

次に、具体的な実施例について図面を参照して説明する。

第1図は本発明にかかるスパッタクリーニング及び薄膜形成を行うためのホローカソード放電を利用した蒸発源を備えた真空蒸着装置である。第6図と共通の部分には同一の符号を付した。

第1図において(8)は不活性ガスを導入するホローカソード、(9)はビーム収束用コイル、(10)はビーム位置制御用コイル、(11)はヨーク、(12)は蒸発源、(13)は水冷ハース(アノード)、(14)はビーム、(15)は蒸発源を入れるるつぼ、(1)は基板で、材質はステンレス(SUS304)である。蒸発源(12)としてはチタン(Ti)金属を用い、ホローカソード(8)から導入する不活性ガスとしてはアル

ゴンの温度が高くなり、それに従って蒸発量が増加する。

ビームの照射位置と蒸発量との関係を確認するために次のような実験を行った。すなわち、スパッタリングが生じないように基板(1)にバイアス電圧を印加しない状態で、ビーム(14)の照射位置を移動させ、各位置において基板(1)上に析出するチタン膜の析出速度を測定した。この時、基板(1)と並べてファラデーカップを置き、イオン電流密度も同時に測定した。これは基板上のイオン入射密度と同じとみなすことができる。この結果を第3図に示す。本実験で用いたるつぼ(15)の直径は6cmなので、蒸発源(12)の中心から3cmの距離は蒸発源(12)と水冷ハース(13)との境界を意味する。

第3図に示されるように、ビーム照射位置の蒸発源(12)中心からの距離が増すにつれ、即ち、水冷ハース(13)で直接冷却されるるつぼ(15)器壁に近づくにつれて、基板(1)上に析出する膜の析出速度、即ち蒸発量は低下するが、イオン電流密度

ゴンを用いた。アルゴンを12 SCCMで導入し、真空槽内の圧力を 5×10^{-4} Torrとした。基板(1)には、薄膜形成時よりも負側に大きいバイアス電圧、-200Vをかけた。ホローカソード放電電流としては100Aを用いた。

このような条件において、ビーム位置制御用コイル(10)によってホローカソードビーム(14)の照射位置を制御した。ビーム位置を制御する状態を概念的に第2図に示す。図に示すように、ビーム(14)の蒸発源(12)上の照射位置を変化させることによって、蒸発物質の温度を変え、それによって蒸発量を変えることができる。

本実施例においては第2図中、(b)で示すようにビーム(14)が蒸発源(12)のるつぼ(15)器壁に近い部分、又は一部水冷ハース(13)に入射するような位置を照射するようにした。その結果、冷却効果が高くなって蒸発物質の温度が下がり、蒸発量が少なくなった。

逆に、図において(a)で示すようにビーム(14)が蒸発源(12)の中心部を照射する時には蒸発物質

はほぼ一定であることが明らかである。

つまり、ビーム照射位置を水冷ハース(13)で冷却される部分に近づけることによって蒸発源の温度を下げて蒸発量を少なくすることができ、その結果、イオンの割合が増加し、中性粒子が減少したと解釈できる。

次に、上述の蒸発物質中のイオンの割合が高くなるビーム照射位置、即ち蒸発源(12)の水冷ハース(13)に近い部分にビームを照射しながら、基板(1)に印加するバイアス電圧を変化させた時に、基板(1)表面上で生じる膜析出あるいはスパッタクリーニングの速度を調べた。その結果を第4図に示す。この実験においては、バイアス電圧が0~-100Vの時には膜析出が生じ、-100Vより負側に大きくなると析出からエッチングに変わる、即ちスパッタクリーニングが生じることがわかった。

本実施例においてビーム(14)を第2図(b)で示すように蒸発源(12)に照射して、基板(1)をスパッタクリーニングした後に、ビーム位置制御用

コイル(10)によって(a)で示すようにビーム照射位置を蒸発源(12)の中心部に変え、又、基板(1)への印加電圧を-50Vに変えただけで引き続き処理を続けたところ、基板(1)上に密着性の良いチタン膜が形成された。

スパッタクリーニングが終った段階の基板(1)を取り出し、基板表面に存在する元素をオージェ電子分光分析装置によって分析したところ、表面の汚れや基板の酸化層等が除去されていることが確認された。又、蒸発物質のチタンが表面に若干存在していることもわかった。このチタンは、蒸発源(12)から蒸発したチタンイオンや中性粒子が基板(1)に衝突した際に、ある割合で表面に取込まれたものであると考えられる。基板の汚染層や酸化層が除去された後に、再汚染されることなく薄膜が形成されたので、密着強度の高いチタン膜が得られた。

以上、本発明の実施例について説明したが、勿論本発明はこれに限定されることなく、本発明の技術的思想に基づき種々の変形が可能である。

-50V よりも負側に大きい -200V とした。基板上で析出よりもエッチングの方が大きくなる電圧の領域は種々の条件によって変わるが、上記いずれの変形例においてもほぼ -100V~-500V の範囲内の電圧とすれば良い。引き続き薄膜形成をする時には電圧を変えるという簡単な操作だけで良い。

〔発明の効果〕

本発明は以上のような方法であるので、真空槽内において基板表面のスパッタクリーニングを効果的に行い、簡単な操作だけで引き続いて薄膜形成を行うことができる。又、密着強度の高い薄膜が得られる。

4 図面の簡単な説明

第1図は本発明にかかる実施例に用いた装置の概略断面図、第2図はホローカソードビームの照射位置を制御する状態を概念的に示す図、第3図は基板のバイアス電圧が0の時のビーム照射位置の蒸発源中心からの距離と、イオン電流密度との関係を示すグラフ、第4図は基板に印加するバイ

例えば、実施例ではスパッタクリーニング処理のために、ビームの照射位置を第2図(b)で示す位置に固定したが、第5図に矢印(c)で示すように、ビーム(14)をるつぼ(15)内の蒸発源(12)上を移動させても良い。第5図は蒸発源(12)、るつぼ(15)、水冷ハース(13)の平面図であり、(16)は上述のようにビーム(14)を移動させた時の軌跡である。この場合は、ビーム照射位置を固定する場合よりも熱の分散が良く、蒸発源の冷却効果が高い。従ってスパッタクリーニングの効果が増す。

又、蒸発源の温度を薄膜形成時よりも低くするためには、水冷ハースの温度を下げたり、装置パラメータ、特にビーム(14)のエネルギーを調整するためのパラメータを調節することで、蒸発源に対する熱の分散を良くする方法でもよい。いずれの場合にも実施例と同様のスパッタクリーニング効果が得られ、又、簡単な操作だけで引き続き薄膜形成を行うことができる。

又、実施例においてはスパッタクリーニング時に基板に印加するバイアス電圧は薄膜形成時の

アス電圧と、基板上の析出又はエッチング速度との関係を示すグラフ、第5図は変形例においてビーム照射位置を移動させる様子を模式的に示す平面図、第6図及び第7図は従来のスパッタクリーニングに用いられる装置のスパッタクリーニングに要する部分のみを模式的に示す図である。

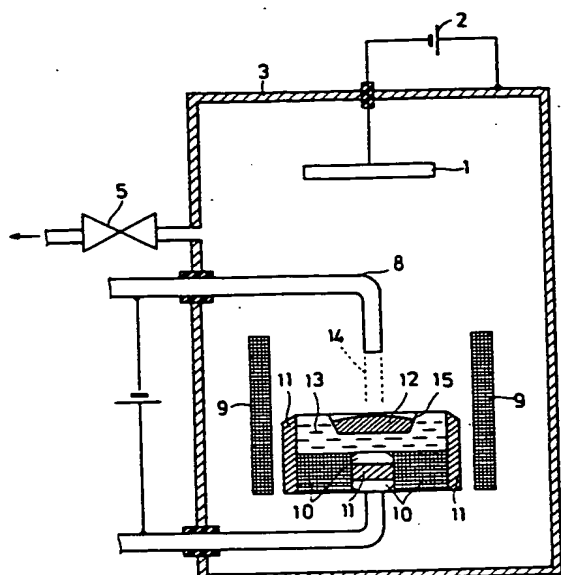
なお、図において、

- (1)..... 基 板
- (3)..... 真 空 槽
- (8)..... ホローカソード
- (9)..... ビーム収束用コイル
- (10)..... ビーム位置制御用コイル
- (12)..... 蒸 発 源
- (13)..... 水 冷 ハ ー ス
- (14)..... ホローカソードビーム

代 理 人

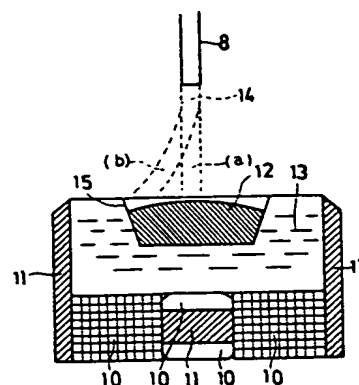
飯 阪 泰 雄

第 1 図

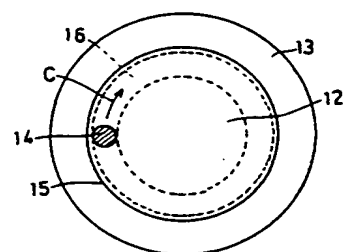


- 1.....基板 12.....発熱源
3.....真空槽 13.....水冷ハース
8.....サーモカソード 14.....ビーム
9.....ビーム収束用コイル
10.....ビーム位置制御用コイル

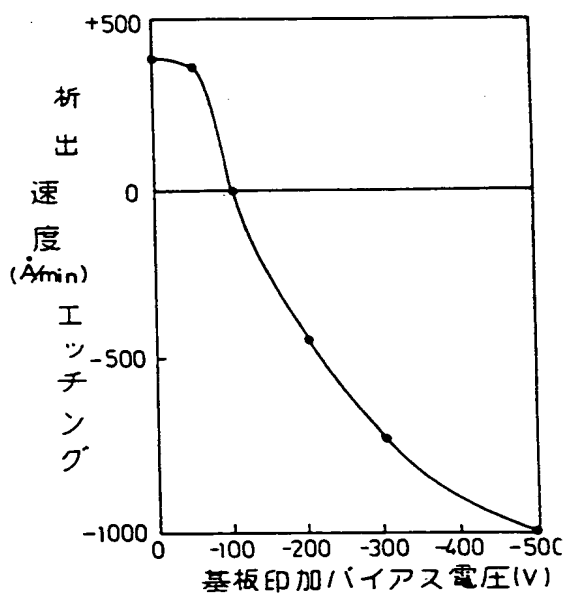
第 2 図



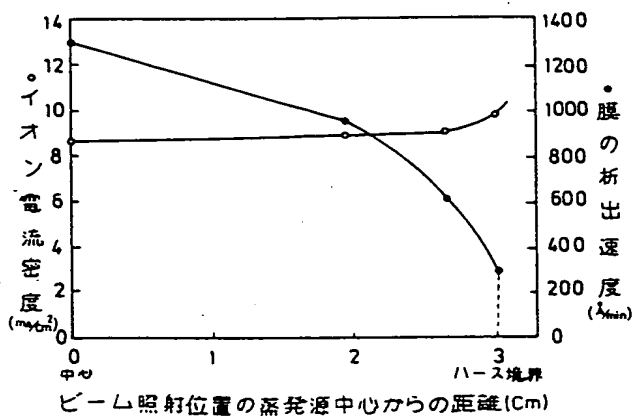
第 5 図



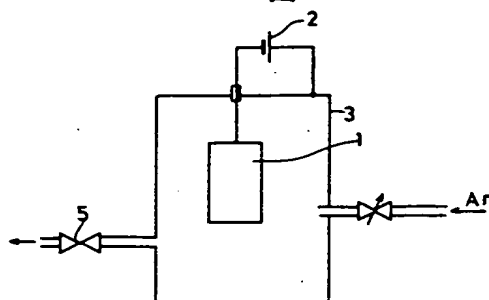
第 4 図



第 3 図



第 6 図



第 7 図

